سنتز، مشخصه یابی و مطالعه خواص ساختاری و اپتیکی نانو ذرات هسته/ پوسته سیلیکا/ اکسید نیکل

رحیم آبادی، زهره[۱]؛ باقری محققی، محمد مهدی[۲]

[۱و۲] دانشکده فیزیک دانشگاه دامغان ، میدان دانشگاه ، دامغان

چکیده

در این تحقیق نانو ذرات سیلیکا به روش هم‌رسوبی و نانو ذرات هسته/ پوسته، سیلیکا/ اکسید نیکل به روش هم‌رسوبی همگن سنتز شدند. نانوذرات هسته-پوسته آماده شده با استفاده از پراش پرتو X، طیف سنجی FT-IR،(UV-Vis)، میکروسکوپ الکترونی روبشی(SEM)، میکروسکوپ الکترونی عبوری(TEM)،مشخصه یابی شدند.

Synthesis, characterization and study of structural and optical properties of core @ shell nano-particles of SiO_2@NiO

Rahimabadi, Zohre [1]; Bagheri-Mohagheghi, Mohamad Mehdi[2]

[1,2] Department of Physics, University of Damghan, Damghan,

Abstract

In this study, the silica nanoparticles via Co-precipitation method and silica @nickel oxide core/ shell nanoparticles were synthesized by homogeneous Co-precipitation method. The prepared core/ shell nanoparticles have been characterized using X-ray diffraction, FT-IR spectroscopy, (UV-Vis), scanning electron microscopy(SEM), transmission electron microscopy(TEM).

PACS No. 68

مقدمه

انو ذرات مرکب هسته/ پوسته متشکل از یک هسته (ماده داخلی) و یک پوسته (لایه بیرونی) است. قطر نانو ذرات هسته/ پوسته معمولا بین ۲۰ تا ۲۰۰ نانو متر می‌باشد[۱].

سطح ذرات هسته می‌تواند با مولکول‌های دو عاملی اصلاح شود و سپس ذرات کوچکتر می‌توانند بر روی آن متصل شوند. نانو ذرات، اطراف ذره هسته رشد می‌کنند و یک پوسته کامل تشکیل می‌دهند. در برخی موارد، یک لایه یکنواخت از ماده پوسته می‌تواند مستقیما برروی هسته به‌وسیله‌ی روش هم‌رسوبی نهشته شود.[۲].

پوشش‌دهی روی ذرات هسته به منظور اصلاح سطح، افزایش عملکرد شیمیایی یا فیزیکی، پایداری هسته و کاهش در مصرف مواد گران قیمت و غیره صورت می‌گیرد.

در این میان، طیف گسترده ای از روش‌ها برای سنتز پودر پوشش داده شده به خوبی توسعه یافته است از جمله، روش هم رسوبی ناهمگن، سل ژل، سنتز هیدروترمال، هم‌رسوبی همگن، روش الکتروشیمیایی، میکروامولسیون معکوس، تبخیر امولسیون و غیره[۳].

نانو ذرات سیلیکای کروی ممکن است به عنوان کاتالیست و همچنین در محافظت و نگه‌داری آب از آلاینده‌ها و در آزاد سازی دارو کاربرد داشته باشند.

اکسید نیکل یک ماده مهم است که دارای خواص الکترونی و مغناطیسی بسیار عالی می‌باشد و می‌تواند به عنوان ابرخازن، کاتالیزور، سنسور گاز و جاذب و غیره استفاده شود و در طی فرایند سنتز آن توسط عملیات حرارتی نمک نیکل یا هیدروکسید نیکل، می‌توان شکل و اندازه آن را کنترل کرد.

بر اساس تجزیه و تحلیل‌های زیاد، نانو ذرات هسته/ پوسته، سیلیکا/ اکسید نیکل ممکن است خواص عالی از سیلیکا و اکسید نیکل در اختیار داشته باشند. این نانو ذرات در جذب و جداسازی مغناطیسی کاربرد بالقوه دارد و همچنین به عنوان کاتالیست نیز استفاده می‌شود[٤].

از آنجا که فعالیت کاتالیستی با مساحت سطح نمونه ارتباط مستقیم دارد، استفاده از نانو ذرات فلزی با سطح بزرگ یک مسیر بالقوه برای افزایش فعالیت کاتالیستی فراهم می کند[٥]. همچنین نانو ذرات هسته پوسته سیلیکا/ اکسید نیکل به عنوان جاذب در حذف متیلن بلو از محلول آبی آزمایش شده اند. که دارای بازده جذب خوبی برای رنگ کاتیونی نسبت به اکسید نیکل و سیلیکا خالص هستند[٦].

بخش تجربی

تهیه نانو ذرات سیلیکا

محلول (الف): ۰/۲ مولار تترا اتیل اورتو سیلیکات در ۵۰ میلی لیتر اتانول حل شد. محلول (ب): ۹ میلی‌لیتر آمونیاک در ١٦ میلی‌لیتر اتانول و ۲۵ میلی‌لیتر آب دو بار تقطیر حل شد و سپس محلول(الف) به صورت تدریجی به محلول (ب) تحت هم زدن اضافه شد. محلول حاصل به مدت ۲ ساعت هم خورد و سپس سانتریفوژ شد. رسوب به‌دست آمده داخل فر با دمای ۷۰ درجه سانتی‌گراد به مدت یک شبانه روز خشک شد و نانو ذرات سیلیکا تهیه شد.

تهیه نانو ذرات اکسید نیکل

ابتدا ۰/۰۱۵ مول نیترات نیکل در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب دو بار تقطیرحل شد. سپس مقدار ۵ گرم اوره به آن اضافه شد و دمای محلول به ۸۰ درجه سانتی‌گراد رسانده شد و به مدت ۵ ساعت در این دما هم‌زده شد. رسوب به‌دست‌آمده چندین بار شستشو و در دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۲ ساعت داخل فر قرار داده شد. در نهایت ذرات برای کلسینه شدن به مدت زمان ۲/۵ ساعت داخل کوره با دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده شدند.

تهیه نانو ذرات هسته/ پوسته سیلیکا/ اکسید نیکل

نانو ذرات هسته/ پوسته سیلیکا/ اکسید نیکل با دو غلظت مختلف نیکل (۰/۰۱۰ و۰/۰۰۵ مولار) تهیه شدند.

نمونه SiO_2@NiO(A) : ابتدا ۰/۰۰۵ مولار نیترات نیکل در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل شد و تحت هم زدن، ۵ گرم اوره به آن اضافه شد. در مرحله بعد ۰/۱ گرم پودر خشک نانو ذرات سیلیکا به آن اضافه شد. دمای محلول به ۸۰ درجه سانتی‌گراد رسانده و به مدت۵ ساعت در این دما هم زده شد. رسوب به‌دست‌آمده چندین بار شستشو و در دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۲ ساعت داخل فر قرار داده شد. در نهایت ذرات برای کلسینه شدن به مدت زمان ۲/۵ ساعت داخل کوره با دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده شدند.

نمونه SiO_2@NiO(B): برای تهیه این نمونه، سطح نانوذرات سیلیکا به‌وسیله مولکول‌های دوعاملی، تری‌آمینوپروپیل‌تری‌اتوکسی سیلان عامل‌دار شد و سپس مطابق روش بالا نانو ذرات هسته/ پوسته، سیلیکا/اکسید نیکل تهیه شد. با این تفاوت که به جای افزودن پودر خشک نانو ذرات سیلیکا، سیلیکای عاملی شده به همان مقدار قبلی به محلول ۰/۰۱۰ مولار نیترات نیکل و ۵ گرم اوره اضافه شد. آزمایش‌ها در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه دامغان انجام شد.

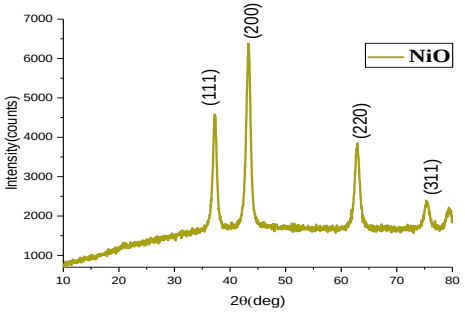
جهت تعیین ساختار بلوری از دستگاه پراش پرتو X مدل D8 ADVANCE-BRUKER و به منظور بررسی خواص اپتیکی از دستگاه UV-Vis مدل UV-Vis doubl beam 4802 spectrophotometer و برای بررسی خواص مولکولی از دستگاه FTIR استفاده شد.

برای مطالعه اندازه و مورفولوژی سطحی نمونه‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی(FE-SEM) مدل Hitachi S-4160 و

میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) مدل hilips CM 30 استفاده شد.

بحث و نتیجه‌گیری

شکل (۱)بررسی الگوهای پراش پرتو ایکس را نشان می‌دهد، که قله هایی از فاز نانو ذره NiO تشکیل شده است.



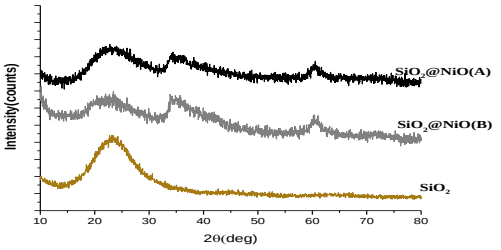
شکل۱ : طیف‌های XRD نانوذره نیکل

اندازه متوسط بلورک‌های نانوذره اکسیدنیکل با رابطه شرر

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \qquad (۱)$$

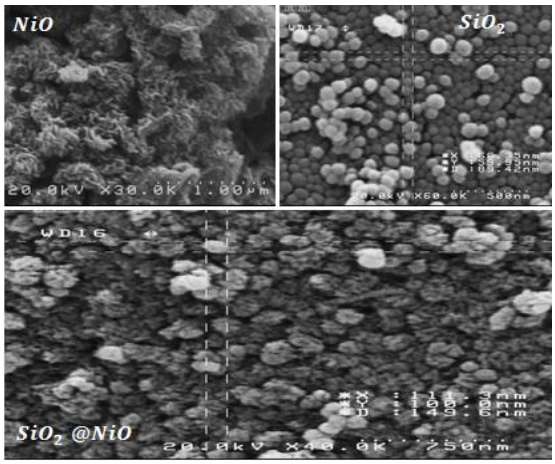
۱۰/۱۵ نانومتر محاسبه شده است.

شکل(۲) الگوهای پراش اشعه ایکس، ساختار SiO_2 و ساختار هسته/ پوسته SiO_2@NiO را نشان می‌دهد. طیف نانو ذرات سیلیکا نشان دهنده ساختار آمورف آن است.



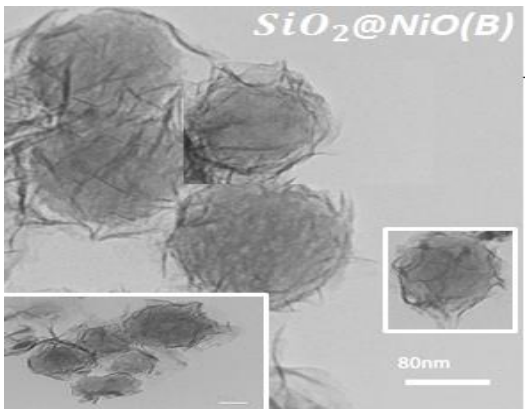
شکل۲ : طیف‌های XRD نانو ذرات SiO_2 وSiO_2@NiO(A) وSiO_2@NiO(B)

شکل(۳) تصاویر SEM، نانو ذرات هسته SiO_2 و نانو ذرات NiO به عنوان پوسته و نانو ذرات هسته/ پوسته SiO2@NiO(A) را نشان می‌دهد. طبق این تصاویر نانو ذرات هسته سیلیکا دارای ساختار کروی با قطر متوسط تقریبی ۸۹/٤ نانومتر هستند و نانو ذرات پوسته(اکسید نیکل) لوله‌ای مانند هستند. قطر متوسط نانو ذرات هسته/ پوسته سیلیکا/ اکسید نیکل تقریبا ۱٤۹/٦ نانومترمی‌باشد.



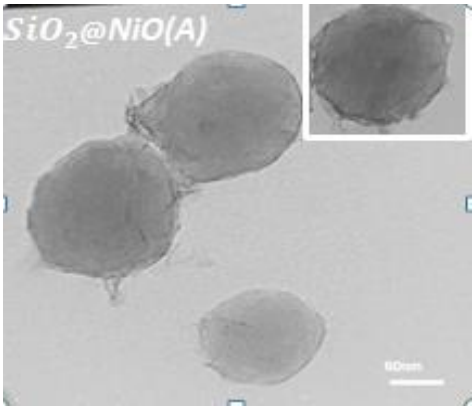
شکل۳: تصاویر SEM نانو ذرات هسته SiO_2 و نانو ذرات پوسته NiO و نانو ذرات هسته/ پوسته SiO_2@NiO(A)

شکل(٤) تصاویر TEM نمونه SiO_2@NiO(B) با غلظت ۰/۰۱۰ مولار نیترات نیکل را نشان می‌دهد. در این نمونه سطح نانو ذرات سیلیکای عاملی شده آماده برقراری پیوند الکترو استاتیکی می‌باشد و همانطور که از شکل مشخص است هاله‌ای در اطراف هسته ایجاد شده است که تصویر پوسته بر روی هسته را تایید می‌کند. این تصاویر نشان دهنده قطر متوسط تقریبی ۱٤٥ نانومتر هستند.



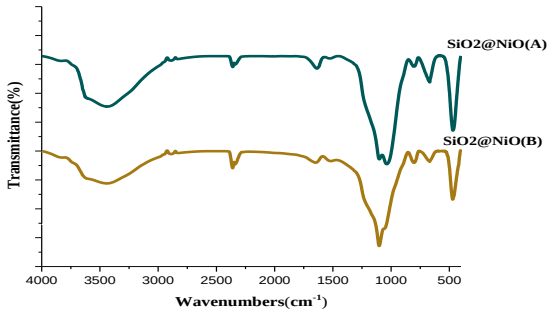
شکل(٤) تصاویر TEM نمونه SiO_2@NiO(B)

شکل(۵) تصاویر TEM نمونه SiO_2@NiO(A) با غلظت ۰/۰۰۵ مولار نیترات نیکل را نشان می‌دهد. قطر متوسط این نانو ذرات حدودا ۱۵۵ نانومتر است.



شکل(۵) تصاویر TEM نمونه SiO_2@NiO(A)

شکل(٦) طیف FTIR نانو ذرات هسته/ پوسته SiO_2@NiO را نشان می‌دهد. پیک ظاهرشده در ناحیه $1100cm^{-1}$ نشان‌دهنده ارتعاش Si–SiO می‌باشد. همچنین پیک ظاهرشده در ناحیه $470\ cm^{-1}$ نشان‌دهنده ارتعاش مربوط به پیوند اکسید نیکل می‌باشد. در ناحیه بالای $3000cm^{-1}$ پیک پهنی مشاهده می‌شود که نشان‌دهنده پیوندهای گروه هیدروکسیل(OH) در سطح نمونه می‌باشد.

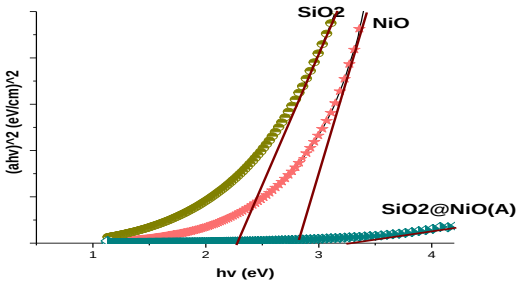


شکل(٦)نمودار طیف FTIR نانو ذرات هسته/ پوسته SiO_2@NiO(A) و SiO_2@NiO(B)

در شکل(۷) نمودار $h\nu$ برحسب $(\alpha h\nu)^n$ برای محاسبه گاف انرژی نانو ذرات اکسید نیکل و نانو ذرات هسته/ پوسته SiO_2@NiO(A) و SiO_2@NiO(B) توسط فرمول تاوک

$$(\alpha h\nu)^n = \beta(h\nu - E_g) \qquad (۲)$$

رسم شده است.



شکل(۷) نمودار گاف اپتیکی نانو ذرات SiO_2 و نانو ذراتNiO و نانو ذرات هسته/ پوسته SiO_2@NiO(A)

گاف اپتیکی نانو ذره اکسید نیکل۲/۸۰eV ، نانو ذره سیلیکا ۲/۲۸eV وگاف اپتیکی نانو ذرات هسته/ پوسته SiO_2@NiO(A)، ۳/۳eV می‌باشد.

نتیجه گیری

نتایج پراش XRD نانو ذرات هسته/ پوسته سیلیکا/ اکسید نیکل نشان می‌دهد که پس‌زمینه‌ای از سیلیکا به عنوان هسته بر روی طیف نانو ذرات هسته/ پوسته SiO_2@NiO نمایان شده است. عکس‌های حاصله از SEM نشان‌دهنده ساختار کروی نانو ذرات سیلیکا و لوله‌ای بودن نانو ذرات اکسید نیکل می باشد. تصاویر TEM نشان می‌دهد که هاله‌ای از نانو ذرات اکسید نیکل به‌عنوان پوسته نانو ذرات سیلیکا را در برگرفته است. طیف FTIR ارتعاش‌های مربوط به Si–SiO و اکسید نیکل را نشان می‌دهد.

مرجع‌ها

[1] M. C, Gonçalves and M. Barbara Martins. "Multifunctional core-shell nanostructures." Nanomedicine 4 (2014): 84-110.
[۲] S. Kalele, et al. "Nanoshell particles: synthesis, properties and applications." Current Science 91.8 (2006): 1038-1052.
[۳] Z. Libor, et al. "Nanocoatings on micro-or nanoparticles." Materials Science and Technology ; 25.11 (2009): 1307-1311.
[۴] X. B. Wang, et al. "A facile route to prepare hollow SiO2 spheres decorated with NiO nanoparticles." Asian Journal of Chemistry 23.5 (2011): 2335.
[۵] Z. Libor and Q. Zhang, "The synthesis of nickel nanoparticles with controlled morphology and SiO 2/Ni core-shell structures." Materials Chemistry and Physics 114.2 (2009): 902-907.
[۶] N. Bayal, and P. Jeevanandam. "Synthesis of SiO2@ NiO magnetic core–shell nanoparticles and their use as adsorbents for the removal of methylene blue." Journal of nanoparticle research 15.11 (2013): 1-15.